

半導体製造用プロセスガスの高精度供給技術に関する研究

著者	永瀬 正明
号	2813
発行年	2001
URL	http://hdl.handle.net/10097/8086

	ながせ まさあき
氏 名	永 瀬 正 明
授 与 学 位	博士 (工学)
学位授与年月日	平成 14 年 3 月 25 日
学位授与の根拠法規	学位規則第 4 条第 1 項
研究科, 専攻の名称	東北大学大学院工学研究科 (博士課程) 電子工学専攻
学 位 論 文 題 目	半導体製造用プロセスガスの高精度供給技術に関する研究
指 導 教 官	東北大学教授 大見 忠弘
論 文 審 査 委 員	主査 東北大学教授 大見 忠弘 東北大学教授 坪内 和夫 東北大学教授 高橋 研 東北大学助教授 須川 成利

論 文 内 容 要 旨

これからの半導体超 LSI は性能向上させるために殆ど理論限界ぎりぎりに設計されることになる。半導体超 LSI の寸法微細化は量産レベルで 100nm 以下のまさにナノメートル技術の生産に直面しており、いっさいバラツキのない生産技術が不可欠な時代を迎えている。また、ネットワーク対応高性能システム LSI では個人用途向けに十分な性能機能が最適化されたもので、かつ、携帯電話、デジタルカメラのように顧客の好みの変化が激しくなる。このような情報家電においては、その生涯生産数が激減するため生産方式は段階的に投資可能な多品種少量生産方式小規模生産ラインに移行していく。従来行われてきた月産数万枚の一括投資型、少品種大量生産方式ラインでは、超低価格なシステム LSI を生産することが困難となるためである。現在のプロセスチャンバは単機能であり、フル稼働の処理枚数に対して必要とされる生産数が見合わなくなる。このため装置稼働率を可能な限り高くするため多機能なプロセスチャンバ (シングルチャンバ/マルチプロセス) が、小規模生産ラインでは不可欠となる。このため装置は徹底的に高性能化し、小型かつ高信頼性を有する装置を具現化しなければならない。このシングルチャンバ/マルチプロセスに対応したガス供給技術について考えてみると、

①「高純度ガスの安定な供給技術」

②「ウェーハ表面のガス濃度・圧力の精密制御」

を実現しなければならない。①については、現在までにウルトラクリーンコンセプトに基づく表面不動態処理、集積化ガスパネルにより手元のバルブ操作のみで超高純度ガスの安定なガス供給技術が完成している。②については、ほとんどのプロセスが枚葉処理で行われ、十分な高生産性を得るためには 1 つのプロセスを 30 秒程度で終了しなければならない。シングルチャンバ/マルチプロセスでは、極めて短い時間内でウェーハ表面上のプロセスガスの精密な制御が可能な技術が求められる。従来のようにバルブを開けることによってチャンバ内にプロセスガスを供給しガス濃度が安定してから、プロセスを開始するというやり方では到底高速プロセスを実現することができない。バルブを開いた瞬間からプロセス開始できるガス供給技術が求められてくる。また、半導体 LSI はその機能発現部に強誘電体膜、高誘電率膜を導入しようとしている。これまで単結晶あるいはアモルファスであった所に多結晶材料の導入されてきている。これらの材料は、薄膜でその機能を最大限生かそうとすると界面からの初期成膜が重要となってくる。界面からの数原子層の成膜でその特性が決まってしまうからである。たとえば、シング

ルチャンバ/マルチプロセス時代に強誘電材料を 20-30 原子層成膜するためには 1 秒で 1 原子層を成膜することになる。プロセスガスを供給し始めてから瞬時にウェーハ上でのガス組成が一定となる生産技術が強く求められるのである。本研究では、プロセスチャンバ内ガス濃度を精密に制御可能なガス供給技術について研究を行った。現在に比べて圧倒的に短いプロセス時間の要求に対して、プロセスの結果に影響する装置内ガス組成・圧力を完全に制御する技術を確立することを目的とする。

第 2 章では流量制御器について検討を行った。チャンバ内ガス濃度及び圧力を決定するうえで流量制御器は重要なコンポーネントである。流量制御器がウェーハ上のガス組成を決定し、反応の特性あるいは膜の性質を決定するからである。シングルチャンバ/マルチプロセスに対応する流量制御器として圧力調整式流量制御器 (FCS) の開発を行った。この FCS は、オリフィスの上流圧力が下流圧力の 2 倍以上あるとき、オリフィスを流れ出るガスは音速となり、その流量はオリフィス上流の圧力のみ依存することを原理としている。従来の流量計測方式ではなく圧力制御方式により流量を検知しているので、流量精度が優れているだけでなく頻繁なバルブ操作を行われる条件において流量に揺らぎが生じない特性を有している。この結果、上流の圧力変動に影響を受けることなく精密に流量を制御することができ、また、流量制御器下流のバルブを開けた瞬間から正確な流量制御が可能となった。従来の流量制御器では、下流のバルブを閉じた状態で、未制御容量が存在し、下流バルブを開けるとこの未制御容量が一挙に流れ出しオーバーシュート現象を引き起こしていた。このため、プロセスを行うためにはチャンバ内濃度を安定させるため時間がかかった。FCS では圧力調整機構を流量制御器自体に兼ね備えているため、下流バルブを閉めた状態においても未制御容量は存在しない。下流バルブが開いた瞬間から制御されたガスを正確に供給することが可能である。シングルチャンバ/マルチプロセスを具現化するためには、精密な流量制御が可能な圧力調整式流量制御器が不可欠となる。

第 3 章ではシングルチャンバ/マルチプロセス型小規模生産ラインに対応したチャンバ内プロセスガスの精密制御方式について検討を行った。この圧力制御式流量制御器を用いて、プロセスチャンバ内の圧力を揺らがせることなくガス濃度を瞬時に切り替えるガス制御方式について検討を行った。チャンバ容量 V 、圧力 P 及びガス供給流量 f とするとき、プロセスチャンバ内ガス濃度 C の経時変化は、 $C(t) = C_0[1 - \exp(-t/\tau)]$ 、 $\tau = PV/f$ となり、 τ を時定数とする指数関数で表される。すなわち、チャンバ内のガス置換は、プロセス条件 (V 、 P 、 f) によって決定されるため、チャンバ容量及び圧力等の条件によってはチャンバ内ガス濃度が定常状態に達するまでに時間がかかる場合がある。シングルチャンバ/マルチプロセスの生産方式では高速化が求められるため、チャンバ内ガス濃度を高速に置換しなければならない。チャンバ内ガス濃度の置換の速さを表す時定数 τ は、チャンバ圧力 P およびチャンバ容量 V は装置あるいはプロセス条件に起因する値であるため、ガス供給方式としてプロセスガス流量のパルス状制御方式について検討を行った。すなわち、バルブ操作によってステップ状にプロセスガス流量を切り替えて供給するのではなく、プロセスガスに切り替える初期段階において、定常状態流量に対して過剰流量 f_{\max} 供給することによって、よりはやくチャンバ内ガス濃度を切り替えることが可能となる。また、プロセスガスと同時に流しているキャリアガス流量を全流量が一定となるように制御することでチャンバ内圧力変動を抑えることが可能となる。また、過剰供給する時間 (パルス保持時間 t') は、チャンバ容量、圧力及び定常状態流量 f_0 によって決定される時定数 τ と過剰供給流量 f_{\max} で表される。

$$t' = \tau \ln \left(\frac{f_{\max}}{f_{\max} - f_0} \right) = \frac{PV}{f_0} \ln \left(\frac{f_{\max}}{f_{\max} - f_0} \right)$$

過剰供給流量 f_{\max} を変化させて、実験的にパルス保持時間 t' を求めた結果、実験値と計算値が一致す

ることが確認できた。すなわち、与えられたプロセス条件から過剰供給流量 f_{\max} 及び保持時間 t' を正確に制御することによって、チャンバ内プロセスガスの高速ガス置換を実現することが可能となる。

また、ガスパネルから供給するプロセスガスは配管を介してプロセスチャンバに供給する。この配管が存在する場合の圧力損失及びチャンバ内ガス濃度の立ち上がりの遅延について調べた。ガスパネルとチャンバ内に存在する配管は、径が細くコンダクタンスが小さくなるため、ガスパネル直近では圧力が高くなる。チャンバ内のガス組成の精密制御に不可欠となる FCS では、圧力を調整することにより流量を制御しているため、配管による圧力損失が大きくなる場合には流量制御範囲が狭くなることがある。さらに、検討を行ってきたパルス状ガス制御の場合、定常状態流量 f_0 に対する過剰供給量 f_{\max} が大きいほど、すなわち過剰供給流量 f_{\max} は流量制御器のフルスケール 100%に設定し、定常状態流量 f_0 を可能な限り低い設定値にすることでチャンバ内のガス濃度の高速置換が可能となる。このため、圧力流量制御器の制御範囲の下流圧力依存性を考慮し、定常状態流量 f_0 を選定する必要がある。実際の装置からガスパネルのまでの圧力損失を測定した結果（配管：径 9.52mm、長さ 10m）、過剰供給量 f_{\max} /定常状態流量 $f_0=10$ 倍となり、時定数はパルス状制御しない場合に比べて 1/10 になることが分かった。また、配管は圧力損失であると同時に容量を持つためチャンバ内ガス濃度の立ち上がりの遅延が発生する。この遅延に関しては、ガス流れを等価回路に置き換えてシミュレーションした。この結果、シミュレーションによる計算値と実験値（配管：径 9.52mm、長さ 4m 及び 10m）はほぼ一致していることが確認できた。配管が存在する場合にも、パラメータからチャンバ内ガス濃度の経時変化を求めることが可能である。

第 4 章では、強誘電体膜・高誘電率膜等の MOCVD プロセスをターゲットとして液体材料ガス供給システムについて検討を行った。これらの材料の多くは常温で液体であるため、気化することによってプロセスチャンバ内に供給する。しかし、従来行ってきた気化器を用いた供給では材料の分解・析出により、安定に供給することが不可能であった。このため液体材料ガスの熱分解特性及び析出現象を実験的に明らかにした。ペンタエトキシタンタル Ta (OC_2H_5)₅ を、ステンレスチューブ (SUS316L-EP) 内に供給し、その後 FT-IR にて検出した結果、分解温度は 250℃であることが分かった。また、サンプルチューブを不働態膜にて覆ったサンプルでは、SUS316L-EP より高い温度で分解することが明らかとなった (Cr_2O_3 不働態膜及び Al_2O_3 不働態膜：310℃)。また、液体材料ガスの析出温度について調べた結果、ペンタエトキシタンタルは 150℃以下で配管内での析出が観察された。これら結果から液体材料ガス供給系は 150～250℃で保つ必要があり、 Cr_2O_3 不働態膜及び Al_2O_3 不働態膜で保護することによって、より高温で安定に供給することであることが分かった。これらの液体材料ガスの特性から、材料の濃度を揺らせない液体材料ガスの供給系について検討した。この結果、液面レベル及びタンク内圧力を制御したバブリング方式により安定な材料の気化が可能であることが分かった。この気化器の下流に圧力調整式流量制御器を設置することによって、チャンバ内ガス濃度の高速置換が可能となる。界面での組成の精密な制御が重要となる強誘電体膜あるいは高誘電率膜の MOCVD プロセスに適応できると考える。

第 5 章は結論である。多品種少量生産型小規模生産ラインに対応したガス供給技術について検討を行った。装置内容量、プロセス圧力及びガス供給流量（定常状態）等プロセス条件が決定すると、プロセスガスをパルス状ガス制御方式にて供給することで、チャンバ内プロセスガスの高速ガス置換が実現可能となった。現在に比べて圧倒的に短いプロセス時間の要求に対して、プロセスの結果に影響する装置内ガス組成・圧力を精密制御することが可能となった。

論文審査結果の要旨

一括投資型から段階投資型に、少品種大量生産方式から多品種少量生産方式に移行する半導体生産方式に対応し、装置稼働率を可能な限り高くするため、シングルチャンバ／マルチプロセスを用いた小規模生産方式の確立が望まれている。シングルチャンバ／マルチプロセスでは、製造プロセスの高信頼化、高歩留まり化を実現するために、直前のプロセスの痕跡を残さずに結果に影響を与えるすべてのプロセス条件を完全に制御する技術が必要とされる。このため、装置内プロセスガス濃度及び圧力の精密な制御が強く要求されている。また、強誘電体膜・高誘電率膜のような多結晶機能材料では、極薄膜でもその機能を十分に得るために、成膜の一原子層目からの完全な組成制御技術が必須となる。著者は、シングルチャンバ／マルチプロセスに対応した半導体製造プロセスガスの精密な制御方式を開発し、装置内の圧力を変動させることなく、装置内のプロセスガスを高速に置換し瞬時に所望の組成に制御する技術を開発した。また、強誘電体膜・高誘電率膜の MOCVD プロセスに不可欠となる液体材料ガスの供給システムを提案した。本論文は、これらの研究成果をとりまとめたもので、全文5章からなる。

第1章は序論である。

第2章では、装置内ガス濃度及び圧力を決定する流量制御器について論じている。オリフィスの上流圧力が下流圧力の2倍以上あるとき、オリフィスを流れ出る気体の流速は音速となり、流量はオリフィス上流の圧力のみに依存する原理を応用した圧力調整式流量制御器を開発した。この流量制御器は、上流の圧力変動に影響を受けることなく精密に流量を制御することができ、下流のバルブが開いた瞬間から正確に流量を制御可能である等の優れた特徴を有している。この圧力調整式流量制御器の開発は、装置内のガス濃度及び圧力を精密に制御するうえで、極めて重要な成果である。

第3章では、第2章で述べた圧力調整式流量制御器を用いた装置内ガス濃度の制御方式について論じている。装置内にプロセスガスを供給開始してから、装置内プロセスガス濃度が安定するまでの過渡現象を、装置内容量及び装置内圧力依存性について体系的に実験すると共に、装置内ガス濃度の置換に関する理論式を明らかにした。これらの結果から、プロセスガス供給の初期段階で定常状態流量より過剰の流量を一定時間供給する新しい方式を開発し、装置内ガス濃度の高速置換を実現するとともに、装置内容量及び圧力等のプロセス条件を決定すれば、理論式から最適なガスの供給方式を求めることが可能であることを実験的に明らかにした。また、ガス供給系から装置までの配管のコンダクタンスの実測値と計算値から、シングルチャンバ／マルチプロセス小規模生産方式に対応した装置内プロセスガスの精密な制御方式を開発した。これは実用上重要な成果である。

第4章では、第3章の圧力調整式流量制御器によるガス供給制御方式を利用した強誘電体膜・高誘電率膜成膜用の液体材料ガス供給方式について論じている。液体材料ガスの熱分解特性及び析出の温度について明らかにし、液体材料ガスを安定に供給可能な気化方式を確立した。これは、実用上重要な成果である。

第5章は結論である。

以上要するに本論文は、半導体製造装置内のプロセスガスの精密な制御方式に関して理論的および実験的に検討し、シングルチャンバ／マルチプロセス小規模生産方式を具現化する新しいガス供給方式を確立したものであり、半導体電子工学の発展に寄与するところが少なくない。よって、本論文は博士（工学）の学位論文として合格と認める。